



358221

7 SEP

358221

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

a favor de NALCO CHEMICAL COMPANY, entidad norteamericana, domiciliada en Chicago (Illinois, EE.UU.), 180 North Michigan Avenue, por "PROCEDIMIENTO PARA IMPEDIR LA FORMACIÓN DE INCRUSTACIONES O DE CORROSIÓN SOBRE SUPERFICIES METÁLICAS

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

- La invención concierne a la prevención de los depósitos de incrustaciones de dureza sobre las superficies metálicas que se encuentran en contacto con aguas duras, contenedoras de iones dotados de poder incrustante, y, por otra parte, con la preparación de mezclas o composiciones que sean efectivas para este propósito. En particular la invención se refiere a la prevención de la incrustación en las paredes de metales ferrosos en contacto con salmueras naturales y en otras superficies tales como las de instalaciones productoras de petróleo, y sistemas de conducción de agua.
- 5.
- 10.



- Durante mucho tiempo, los agentes disolventes más efectivos, y económicos usados para la prevención de incrustaciones alcalinas tanto en instalaciones productoras de petróleo como en sistemas de conducción de agua han sido los polifosfatos inorgánicos. Sin embargo, a causa de los inconvenientes encontrados en el suministro de estas sustancias y su incompatibilidad con algunos líquidos, se ha requerido el concurso de un fosfato orgánico y líquido con buena solubilidad en soluciones contenedoras de iones activos, cuya utilización ha llegado a adquirir un desarrollo evidente. Por esta razón, es necesaria la provisión de un producto líquido que posea buena solubilidad en los líquidos pertinentes, y por otra parte tenga efectividad y exiguo coste en el tratamiento químico por polifosfatos inorgánicos.
5. Uno de los objetos de la presente invención es la provisión de nuevas y mejoradas mezclas y composiciones que suplan esta necesidad. Otro de los objetos aparecerá oportunamente.
10. De acuerdo con la invención, se ha encontrado que las hidroxiaminas fosfatadas, con o sin neutralización, son efectivos inhibidores de la incrustación, para la inhibición del depósito de incrustaciones sobre superficies metálicas en contacto con aguas duras, contenedoras de potentes iones incrustantes, y especialmente para la inhibición de la in-
15. crustación producida por salmueras naturales, tal como las que aparecen en configuraciones ocultas, como por ejemplo en pozos de petróleo.
20. En la práctica de la invención, la hidroxiamina

En la práctica de la invención, la hidroxiamina



5. fosfatada o un producto de neutralización de la misma, se introduce dentro del agua dura o salmuera que está en contacto con las superficies metálicas, manteniéndose entre tanto en la mezcla activa y efectiva, una cantidad preventiva de la precipitación de iones de dureza del orden de 0,5% partes por millón.

10. Los productos necesarios para el propósito de la invención pueden ser denominados como ésteres de ácido polifosfórico de las hidroxiaminas. Preferentemente se preparan por reacción de hidroxiamina con ácido polifosfórico y/o pentóxido de fósforo a temperatura elevada, preferentemente del orden de unos 50 hasta 175 °C, aunque a veces pueden usarse unas temperaturas mayores, del orden de 200 a 250°C, dependiendo de la naturaleza de la hidroxiamina que

15. reacciona. En las primeras fases, la reacción es exotérmica y debe ser llevado cuidadosamente el control de la temperatura. Este período de la reacción debe prolongarse, preferentemente, al menos sobre unos 30 minutos. La reacción puede ser llevada a cabo durante un período más largo, en todo caso hasta por ejemplo, tres o cuatro horas, para asegurar una reacción completa. Si se desea el concurso de un catalizador, puede hacerse uso de uno tal como un complejo de eterato trifluoruro de boro. Haciendo uso de ácido polifosfórico, la hidroxiamina puede ser adicionada al ácido polifosfórico líquido. Recíprocamente, el ácido polifosfórico puede ser adicionado a la hidroxiamina.

25. El producto resultante de la reacción puede ser usado directamente, o ser transformado en una sal por neu-



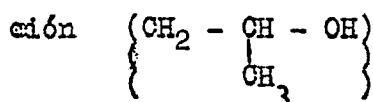
5. tralización parcial o completa con una sustancia alcalina, como por ejemplo hidróxido sódico o potásico, carbonato sódico, amoníaco o un aminocompuesto básico tal como hidróxido tetrametilamónico, metilamina, etilamina, dietilamina, trietanolamina, dietanolamina, trietilamina, etilendiamina, dietilentriamina, piridina, morfolina, u otra amina. La amina debe ser preferible soluble en agua, cuando menos que no destruya la solubilidad en agua.

10. Las hidroxiaminas pueden ser aminas relativamente simples, como por ejemplo dietanolamina, o trietanolamina, o pueden poseer naturaleza compleja como los residuos estables obtenidos en la manufactura de trietanolamina o de productos obtenidos por oxialquilación de aminas. Estos productos pueden ser aminas simples o bien poliaminas. Por otra parte, pueden poseer un solo grupo hidroxílico, como en el caso de la aminoetiletanolamina, pero preferiblemente tienen una pluralidad de grupos hidroxílicos. La oxialquilación de las aminas se lleva a efecto por reacción de un óxido alquílico por ejemplo óxido de etileno u óxido de 1,2-propileno, con una amina contenedora de uno o más átomos de hidrógeno activo. Las aminas preferentemente usadas deben contener al menos un grupo 2-hidroxi-etilo (-CH₂CH₂OH) obtenidos por oxietilación. Los grupos de hidróxilo primario de las mismas, poseen más efectividad que los grupos hidróxilo secundario, los cuales podrían ser obtenidos por oxipropilación

15.

20.

25.



Sin embargo, la oxipropilación debe ser usada si el produc



7 SEP 1950

- to oxipropilado es después oxietilado para obtener grupos terminales -2-hidroxietilo. La etilenodiamina por ejemplo puede ser oxietilamina con cuatro moles de óxido de etileno por mol de diamina, para obtener una diamina que contenga
5. cuatro grupos 2-hidroxietilo. Haciendo uso de óxido de etileno y óxido de 1,2-propileno, pueden ser obtenidos productos con ambos grupos hidroxietilo e hidroxipropilo. La magnitud de la oxialquilación pueden también ser incrementada aumentando el número de moles de óxido de alquileo y en algunos casos es aconsejable hacer uso de hasta treinta moles de óxido de alquileo por mol de amina. En general, sin embargo ello no es necesario para los propósitos de la invención.
10. Otras aminas que pueden ser tratadas por oxialquilación para la obtención de hidroxiaminas, son la dietilentriamina, trietilentetramina, y tetraetilenpentamina. Normalmente es deseable que el grupo hidroxilo apto para ser fosfatado, se halle separado del átomo de nitrógeno por al menos un átomo de carbono, y preferiblemente hasta por dos átomos de carbono como en el grupo 2-hidroxietil. Las aminas indicadas para
15. este propósito general son bien hidroxialquilaminas o alcanolaminas. Se entiende que las mezclas de hidroxiaminas o incluso las aminas individuales pueden emplearse en la preparación de ésteres fosfatados. De aquí que los productos pueden consistir en mezclas de ésteres fosfatados y mezclas de
20. ésteres fosfatados de hidroxiaminas.
- 25.

Las hidroxiaminas pueden también ser aminas tensoactivas que contengan hasta 8 átomos de carbono en una cadena de hidrocarburo. Todas ellas pueden ser obtenidas



por oxialquilación de aminas tensoactivas. También pueden obtenerse haciendo reaccionar aminas de bajo peso molecular y solubles en agua, con una larga cadena epoxídica contenedora de al menos 8 átomos de carbono.

5. Los hidrocarburos tensoactivos o no tensoactivos que pueden ser empleados conjuntamente con hidroxiaminas tensoactivas o no tensoactivas, son, por ejemplo, alcoholes monohídricos o polialcoholes contenedores preferiblemente de al menos un grupo 2-hidroxietilo, proporcionado por oxietilación. Los grupos con hidroxilo primario de los mismos, son más activos que los grupos con hidroxilo secundario, los cuales podrían ser obtenidos por oxipropilación. Sin embargo, la oxipropilación puede ser usada si el producto oxipropilado es luego oxietilado para proporcionar grupos terminales 2-hidroxietilo. Por otra parte, los grupos reactivos hidróxilos pueden ser incorporados haciendo uso de una larga cadena epoxídica por ejemplo contenedora de al menos 8 átomos de carbono en la cadena. Tales compuestos, pueden también contener grupos oxigenados en la cadena. En suma, pueden hacerse uso de agentes tensoactivos monohídricos obtenidos por oxialquilación, y provistos de un grupo terminal 2-hidroxietilo.
- 10.
- 15.
- 20.

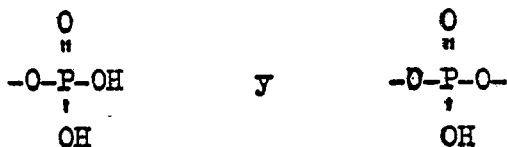
25. Los complejos preferidos para la inclusión de los susodichos polialcoholes, se obtienen por oxietilación de glicerina con 1,5 hasta 2,5 moles de óxido de etileno por mol de glicerina, o aquéllos en los que dichos polialcoholes se obtienen por oxietilación de sorbitol con una cantidad de óxido de etileno de entre 2 y 20 moles por mol de sorbitol, o aquéllos en los que dichos polialcoholes se obtienen por



- oxietilación de trimetilolpropano con 1,5 a 2,5 moles de óxido de etileno por mol de trimetilolpropano, o bien aquellos en los que dicho agente tensoactivo monohídrico se obtiene por la oxietilación de alquilfenoles por ejemplo conteniendo de 4 a 12 átomos de carbono en el grupo o grupos de alquilo, preferiblemente nonilfenol o dinonilfenol o mezclas de ellos, o alcoholes primarios conteniendo de 6 a 18 átomos de carbono, preferiblemente alcohol, tridecílico o mezclas de alcoholes que posean de 6 a 10 átomos de carbono, con 2 a 20
5. o preferiblemente de 4 a 14 moles de óxido de etileno por mol de tal substancia monohídrica.
- 10.

- Los productos pueden consistir en ésteres fosfatados mixtos y mezclas de ésteres fosfatados de: hidroxiaminas no tensoactivas; hidroxiaminas tensoactivas; hidroxiaminas tensoactivas o no; hidroxiaminas no tensoactivas y/o hidrocarburos hidroxílicos tensoactivos o no; hidroxiaminas tensoactivas y/o hidrocarburos hidroxílicos tensoactivos o no, hidroxiaminas tensoactivas, hidroxiaminas no tensoactivas y/o hidrocarburos hidroxílicos tensoactivos o no.
- 15.

- Los esteres fosfatados resultantes tienen un promedio de al menos uno y hasta todos los hidróxilos de los grupos hidroxiamino y de hidrocarburos hidroxílicos, si es que están presentes reemplazados por grupos de éster fosfatado derivados de ácido polifosfórico o pentóxido de fósforo, constando esencialmente dichos grupos de éster fosfatado, de uno o ambos miembros seleccionados del grupo consistente en
- 20.
- 25.



5. Como ha sido expuesto previamente, los compuestos proporcionados por la invención, incluyen no solamente ésteres libres, sino también las sales de los ésteres derivados de una neutralización parcial o completa de los grupos de éster fosfatado.

La invención será ilustrada ulteriormente con ejemplos adjuntos, los cuales no son limitativos, y cuya dosificación se establece en tanto por ciento en peso a menos que se indique de otra manera.

10. EJEMPLO 1.

15. 100 partes de etilendiamina completamente oxetilada, obtenida por reacción de 4 moles de óxido de etileno con 1 mol de etilendiamina, se dispusieron en un vaso de reacción y se adicionaron gradualmente 25 partes de ácido polifosfórico, con agitación constante al tiempo que la temperatura de la reacción se incrementó hasta 100°C. La precipitada temperatura se mantuvo a 100°C durante 30 minutos. Posteriormente los productos de la reacción fueron enfriados y se añadieron 20 partes de N-propanol y 150 partes de agua.

20. EJEMPLO 2:

25. 50 partes de ácido polifosfórico fueron adicionadas a 100 partes de un residuo de trietanolamina (Amina N-1). con la agitación de la mezcla mantenida de manera constante, al tiempo que la temperatura se elevó gradualmente hasta 100°C. Los productos de la reacción fueron enfriados y se adicionaron 150 partes de agua.



EJEMPLO 3.

5. 400 partes de ácido polifosfórico fueron adicionadas a 250 partes de un residuo de trietanolamina (Amina N-1) con agitación mantenida mientras que la temperatura se elevó gradualmente hasta 150°C. El producto resultante fué calentado hasta 130°C y mantenido a esta temperatura durante 1 hora. Finalmente fué enfriado y se adicionaron 250 partes de agua.

EJEMPLO 4.

10. 100 partes de ácido polifosfórico fueron adicionadas a 200 partes de aminoetiletanolamina, la cual previamente se calentó a 70°C. Durante la adición, se mantuvo una agitación constante y la temperatura se incrementó gradualmente hasta 120°C. Posteriormente se sostuvo a 120°C durante 30 minutos, y una vez enfriado, fueron añadidas 600 partes de agua.

EJEMPLO 5.

20. 200 partes del producto obtenido en el ejemplo 3 fueron mezcladas con 100 partes de sosa cáustica líquida al 50%.

EJEMPLO 6.

25. 400 partes de ácido polifosfórico fueron añadidas a 250 partes de un residuo de trietanolamina (Alcanolamina SB), en un vaso de reacción, con agitación constante, mientras que la temperatura se elevó gradualmente hasta 200°C. Los productos de la reacción fueron enfriados, y se añadió finalmente 250 partes de agua.

EJEMPLO 7.



125 partes de un residuo de trietanolamina (Amina N-1), fueron mezclados con 125 partes de una mezcla de 60% de N,N'-dietanoletilendiamina y 40% N-N'-tetraetanoletilen diamina, y la mezcla se calentó hasta 50°C. La mezcla de aminas fué adicionada a 400 partes de ácido polifosfórico con agitación constante mientras que la temperatura se elevó a 150°C. La mezcla se mantuvo a 150°C durante 30 minutos, y enfriando hasta una temperatura inferior de 100°C, se adicionaron finalmente 250 partes de agua.

10. EJEMPLO 8.

300 partes del producto obtenido en el ejemplo 7, fueron mezcladas a temperatura ambiente, con 100 partes de sosa cáustica líquida al 50%.

EJEMPLO 9.

15. 400 partes de ácido polifosfórico fueron adicionadas a 300 partes de un residuo de trietanolamina (Amina N-1) en un vaso de reacción, en tanto que, manteniendo la agitación, se elevó la temperatura hasta 140°C. La mezcla fué enfriada por debajo de los 100°C y se añadieron 300 partes de agua.

EJEMPLO 10.

25. Una mezcla de 125 partes de un residuo de trietanolamina (Alcanolamina SB) y 125 partes de un residuo de trietanolamina (amina N-1) fué calentada hasta 50°C y se añadieron poco a poco 400 partes de ácido polifosfórico, manteniendo la agitación y aumentando la temperatura hasta 145°C. El producto resultante se enfrió hasta los 100°C y se adicionaron 250 partes de agua.



EJEMPLO 11

- Una poliamina oxietilada, se preparó haciendo reaccionar 37 partes de óxido de etileno con 63 partes de poliamina comercial (Poliamina H sólida) y 300 partes de este producto se neutralizaron con 125 partes de ácido acético, al 99%. El producto se enfrió hasta 80°C y se adicionaron 100 partes de alcohol N-propílico. Posteriormente se adicionaron 100 partes de ácido polifosfórico en tanto que la temperatura se fué incrementando hasta 130°C. La temperatura fué mantenida a los mencionados 130°C durante 30 minutos. Después el producto se enfrió hasta 90°C y se adicionaron 300 partes de agua.

EJEMPLO 12

- 100 partes de la poliamina oxietilada descrita en el ejemplo 11, fueron neutralizadas con 50 partes de ácido acético al 99% en tanto que la temperatura se mantenía por debajo de 90°C. A este producto se le ha adicionado 350 partes de un residuo de trietanolamina (Amina N-1) y posteriormente se añadieron 700 partes de ácido polifosfórico con agitación y adoptando un incremento continuo de temperatura hasta 130°C. La mezcla reaccionante se mantuvo a esta temperatura durante una hora y posteriormente fué enfriada hasta 95°C, adicionándosele finalmente 300 partes de agua.

EJEMPLO 13

- 100 partes del producto del ejemplo 12, se mezclaron con 50 partes de sosa cáustica líquida al 50%.

EJEMPLO 14



5. 400 partes de ácido polifosfórico se calentaron hasta 70 grados centígrados, y se adicionaron 250 partes de un residuo de trietanolamina (Amina N-1) con agitación, en tanto que la temperatura de reacción se mantenía entre 100 y 110°C. Esta temperatura se mantuvo durante 3/4 partes de la adición de la hidroxiamina, en tanto que en la cuarta parte restante de la precitada adición, la temperatura fué elevada hasta 130°C. Tal temperatura de 130°C se mantuvo durante 30 minutos, y el producto resultante se enfrió posteriormente hasta 95°C, en cuyo momento se adicionaron 250 partes de agua.

EJEMPLO 15

15. 125 partes de un residuo de trietanolamina (Alcanolamina SB) y 125 partes de un residuo de trietanolamina (Amina N-1), se combinaron a una temperatura de 50°C, con agitación, y a tal mezcla se le adicionaron 400 partes de ácido fosfórico con agitación, tras cuyo tratamiento se permitió que la temperatura de la mezcla reaccionante se incrementara hasta 150°C.

20. La mezcla reaccionante se mantuvo a 150°C durante treinta minutos, y una vez enfriada por debajo de 100°C, se le adicionaron 250 partes de agua.

EJEMPLO 16

25. 300 partes de un residuo de trietanolamina (Amina N-1) y 100 partes de etilenodiamina completamente oxietilada (ver ejemplo 1), fueron mezcladas con agitación y calentadas a 50°C. La mezcla de hidroxiaminas fué añadida entonces a 750 partes de ácido polifosfórico a 70°C, mante-



- niendo la agitación, e incrementando la temperatura de la mezcla reaccionante hasta 130°C, cuya temperatura se mantuvo durante 30 minutos. Los productos de la reacción se enfriaron por debajo de 100°C y se adicionaron finalmente
5. 700 partes de agua.

EJEMPLO 17

100 partes del producto del ejemplo 16 se combinaron con 50 partes de sosa cáustica líquida.

EJEMPLO 18

10. 300 partes de N,N'-tetraetanoletildiamina, calentadas a 50°C, fueron añadidas a 430 partes de ácido polifosfórico, aumentándose la temperatura hasta 70°C con agitación y permitiendo posteriormente que la temperatura de la mezcla se incrementase hasta 130°C.

15. Tal temperatura se mantuvo durante 30 minutos, enfriando después por debajo de 100°C, y se adicionaron 500 partes de agua.

EJEMPLO 19

20. El proceso es idéntico al del ejemplo 18, a excepción de que se hizo uso de 860 partes de ácido polifosfórico, y se adicionaron 800 partes de agua.

EJEMPLO 20

25. 300 partes de dietanolamina, se añadieron a 480 partes de ácido polifosfórico, previamente calentado hasta 70°C con agitación y dejando subir la temperatura de la mezcla reaccionante hasta 130°C cuya temperatura se mantuvo durante 30 minutos, y posteriormente se enfrió por debajo de 100°C, adicionándose finalmente 500 partes de agua.



EJEMPLO 21

El mismo procedimiento que en el ejemplo 20, a excepción de que se emplearon 960 partes de ácido polifosfórico, y se adicionaron 800 partes de agua.

5. Las hidroxiaminas fosfatadas fueron evaluadas en cantidad variable como unhibidores antiincrustantes, calentando la salmuera por un período predeterminado, y determinándose después la cantidad de carbonato cálcico o sulfato cálcico retenido en solución.
10. Se preparó una salmuera que contiene carbonato cálcico, adicionando a agua destilada, 5180 miligramos por litro (mg/l) de NaHCO_3 ; 22,200 mg/l de NaCl , 6 mg/l de Na_2SO_4 , 366 mg/l de $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, y finalmente 2000 mg/l de CaCl_2 . El agua fué rociada con dióxido de carbono por 30 minutos antes de la adición de las sales, y posteriormente durante 30 minutos después de la adición de tales compuestos. Esta composición, es mencionada de ahora en adelante como salmuera A.
15. Para la preparación de una salmuera para el ensayo contra el sulfato cálcico, se prepararon dos salmueras distintas. La primera, salmuera B, se obtuvo disolviendo 7,5 gramos de cloruro sódico y 8,33 gramos de cloruro cálcico, en agua destilada suficiente para obtener un litro de solución. La segunda, salmuera C, se obtuvo disolviendo 7,5 gramos de cloruro sódico, más 10,66 gramos de Na_2SO_4 en agua destilada en suficiente cantidad para obtener un litro de solución. Estas dos salmueras se mezclaron en partes iguales y los ensayos fueron conducidos con la adi-
- 20.
- 25.



5. ción de proporciones variadas de productos químicos objeto de tales ensayos. Estas pruebas, se realizaron a distintas temperaturas, y en periodos predeterminados de tiempo. La cantidad de sulfato cálcico en solución, se determinó al fin de cada prueba; realizándose algunos ensayos bajo condiciones estáticas, y otros con agitación.

Los siguientes ejemplos 22 al 34, ilustran los resultados obtenidos con composiciones de los tipos expuestos en los ejemplos 1 a 21.

10. EJEMPLO 22

En este ensayo se hizo uso de la salmuera A, a la temperatura de 54°C, durante 20 horas bajo un sistema estático, por ejemplo sin agitación. La salmuera se sembró con 100 mg/l de carbonato cálcico.

15. En una prueba de control, sin adición de productos químicos, se obtuvo un contenido en carbonato cálcico, de 1800 mg/l en el comienzo del ensayo, reteniéndose solamente 540 mg/l. Todo el carbonato cálcico fué retenido con la adición de 10 ppm de la composición del ejemplo 3. Correspondientemente, se realizaron ensayos con otros inhibidores comerciales, y ninguno de ellos produjo la retención de todo el carbonato cálcico, bajo unas mismas condiciones de concentración.

20.

EJEMPLO 23

25. La prueba se condujo en las mismas condiciones que en el ejemplo 22, con la salmuera A, a excepción de que la salmuera no fué sembrada con carbonato cálcico. El control anterior al calentamiento, puso de manifiesto un contenido inicial en la salmuera, de 1840 mg/l, mientras

7 SEP.



que después del calentamiento, durante 20 horas a 54°C , se retuvieron 680 mg/l. La adición de 5 ppm y 10 ppm de la composición del ejemplo 3, en ambos casos determinó que todo el carbonato cálcico fuese retenido en solución.

5. La adición de 5 ppm de la composición del ejemplo 5, produjo que 1720 mg/l de carbonato cálcico, fuese retenida en solución. Y por medio de la adición de 10 ppm del mismo producto químico, se logró que todo el carbonato cálcico quedase retenido.

10. EJEMPLO 24

El ensayo se condujo tratando con la salmuera A en condiciones estáticas y bajo 71°C , durante un tiempo de 20 horas, y haciendo uso de distintas concentraciones de soluciones desincrustantes. El control anterior a la precipitación dió como resultado la existencia de 1800 mg/l de carbonato cálcico. Posteriormente, el ensayo obtuvo 420 mg/l de carbonato cálcico. La mezcla del ejemplo 3, con 2,5 ppm, produjo la retención de 1020 mg/l de carbonato cálcico, y con 5,0 ppm, se retuvieron 1280 mg/l del precipitado producto al tiempo que con 10 ppm, la retención fué de 1520 mg/l.

20.

EJEMPLO 25

El ensayo se condujo de igual modo que en el ejemplo 24, a excepción de que la salmuera se sembró con 150 mg/l de carbonato cálcico. La cantidad de carbonato cálcico retenida en solución antes de la precipitación fué de 1760 mg/l, y en el final del ensayo el contenido era de 460 mg/l. Las composiciones de los ejemplos 3 y 5, fueron

25.



7 98

5. ensayadas ambas a unas concentraciones de 1 ppm, 2,5 ppm, 5 ppm y 10 ppm, constatándose su efectividad al menos parcialmente, como inhibidores en la precipitación del carbonato cálcico, a excepción de la composición correspondiente a 1 ppm.

EJEMPLO 26

El ensayo se condujo haciendo uso de la salmuera A, a 94°C durante 20 horas, y según un sistema estático. La salmuera se sembró con 75 mg/l de carbonato cálcico.

10. El control anterior a la precipitación, puso de manifiesto que se retuvieron 1760 mg/l de carbonato cálcico. Después de la precipitación se retuvieron 250 mg/l de tal substancia. Las composiciones de los ejemplos 3 y 5 produjeron una mayor efectividad en la retención de tal compuesto, para concentraciones de 10 ppm, 20 ppm y 30 ppm.
15. A 30 ppm, la composición del ejemplo 3 produjo que todo el carbonato cálcico fuese retenido en solución. A igual concentración, la concentración del ejemplo 5 produjo la retención de 1500 mg/l. Los ensayos comparativos acerca de agentes desincrustantes de tipo comercial, de concentraciones equivalentes, mostraron que éstos últimos poseen una efectividad inferior.
- 20.

EJEMPLO 27

25. El ensayo se condujo haciendo uso de la salmuera A, bajo una temperatura de 71°C, durante 20 horas, en sistema estático y sin rociado. El control anterior a la precipitación puso de manifiesto la retención de 1600 mg/l de carbonato cálcico, mientras que el control posterior obtu-



vo 480 mg/l del susodicho compuesto.

- Con la adición de 5 ppm, y 10 ppm, de muestras de la referida salmuera, la composición del ejemplo 3 produjo la retención de 1300 y 1540 mg/l de carbonato cálcico respectivamente, Por su parte la composición del ejemplo 6 produjo la retención de 600 mg/l, bajo la dosificación de 5 ppm, y 1320 mg/l, con la dosificación de 10 ppm. La composición del ejemplo 7, produjo la retención de 1000 mg/l de carbonato cálcico bajo la dosificación de 5 ppm, y 1480 mg/l con la dosis de 10 ppm. La composición del ejemplo 9 produjo la retención respectiva de 920 mg/l y 1440 mg/l con dosificaciones de 5 ppm y 10 ppm. La composición del ejemplo 10 produjo la retención de 1340 mg/l de carbonato cálcico bajo la dosificación de 5 ppm, y 1600 mg/l con 10 ppm. Así esta composición tuvo completa efectividad bajo una disolución de 10 ppm. Un producto comercial produjo la retención de 580 mg/l de carbonato cálcico bajo la dosificación de 5 ppm, y 1300 mg/l a 10 ppm.

EJEMPLO 28

- El procedimiento se lleva a efecto de igual modo que en el ejemplo 27, a excepción de que la salmuera fué rociada con 150 mg/l de carbonato cálcico. El control anterior a la precipitación retuvo 1800 mg/l de carbonato cálcico, mientras que el control posterior produjo la retención de 480 mg/l.

La adición de 10 ppm de la composición del ejemplo 3, produjo la retención de 1780 mg/l de carbonato cálcico, mientras que la adición de 10 ppm de la composición

7 SEP.



5. del ejemplo 5 originó la retención de 1560 mg/l. Por otra parte, la adición de 10 ppm de la composición del ejemplo 9 fué causa de la retención de 1520 mg/l, y la adición de 10 ppm de la composición del ejemplo 10 produjo la retención de 1760 mg/l de carbonato cálcico. Un producto químico comercial, bajo una concentración de 10 ppm produjo por su parte la retención de 1480 mg/l.

EJEMPLO 29

10. El ensayo se condujo de igual modo que en el ejemplo 28. El control anterior a la precipitación dió 1560 mg/l de carbonato cálcico, en tanto que el posterior puso de manifiesto la existencia de 340 mg/l de tal compuesto. Bajo una dosificación de 10 ppm, la composición del ejemplo 3 produjo la retención de 1160 mg/l; la composición del ejemplo 11, originó la retención de 480 mg/l, la composición del ejemplo 12 produjo la retención de 1060 mg/l, la composición del ejemplo 13, produjo la retención de 940 mg/l, la composición del ejemplo 14 produjo la retención de 1280 mg/l, la composición del ejemplo 15, 1320 mg/l, la del ejemplo 16, 1240 mg/l, y finalmente la composición del ejemplo 17 retuvo 1200 mg/l de carbonato de cálcico.

EJEMPLO 30

25. Una mezcla de 50 ml de salmuera B y 50 ml de salmuera C, fueron usados en el presente ensayo, que se condujo bajo 71°C, durante 30 horas, y según un sistema estático. Un control de prueba anterior a la precipitación, puso de manifiesto la existencia de 3200 mg de sulfato cálcico por litro, calculado como carbonato cálcico. Después del



ensayo, la concentración era de 2300 mg/l . Las composiciones de los ejemplos 3 y 5, bajo dosificaciones de 1 ppm, produjeron retenciones de 3100 y 3000 mg/l respectivamente.

EJEMPLO 31

5. El ensayo se condujo de igual modo que en el ejemplo 30, a excepción del hecho de mantener una temperatura de 105°C durante 6 horas, con agitación. El control anterior a la precipitación puso de manifiesto la existencia de 3100 mg/l de sulfato cálcico, calculado como carbonato cálcico. Al final del ensayo, la concentración era de 2000 mg/l. La composición del ejemplo 5, con una dosificación de 50 ppm originó la retención de 2900 mg/l, y bajo una dosificación de 100 ppm, 3000mg/l; mientras que finalmente con una dosificación de 2000 ppm, 3100 mg/l.

10. EJEMPLO 32

15. El ensayo se condujo como en el ejemplo 31, a excepción de que la temperatura fué de 121°C, y el tiempo de 20 horas. El control anterior a la precipitación dió 2800 mg/l de sulfato cálcico, calculado como carbonato cálcico, al tiempo que se midieron 2050 mg/l al final del ensayo. La composición del ejemplo 5, bajo la dosificación de 50 ppm, originó la retención de 2600 mg/l, y bajo la dosificación de 100 ppm, 2800 mg/l.

20. EJEMPLO 33

25. Las condiciones de la prueba fueron idénticas a las del ejemplo 32. Con anterioridad a la precipitación, se midieron 2800 mg/l de sulfato cálcico calculado como carbonato cálcico, mientras que al final del ensayo se mi-



dieron 1500 mg/l. La composición del ejemplo 5, bajo una dosificación de 10 ppm, produjo la retención de 2800 mg/l de sulfato cálcico. Agentes desincrustantes comerciales bajo dosificaciones idénticas, mostraron menor efectividad.

5. EJEMPLO 34.

Las condiciones del ensayo fueron idénticas a las del ejemplo 30 a excepción de que fueron mezclados para la formación de la solución, 100 ml de salmuera B y 100 ml de salmuera C. El control anterior a la precipitación expuso la existencia de 3000 mg/l de sulfato cálcico, calculado como carbonato cálcico mientras que al final del ensayo, el control puso de manifiesto la existencia de 2075 mg/l. Bajo una dosificación de 0,5 ppm y 1 ppm las composiciones de los ejemplos 3, 12, 13, 14, 15, 16 y 17, mostraron la total inhibición en la precipitación del sulfato cálcico. La composición del ejemplo 11 produjo la retención de 2400 mg/l de sulfato cálcico bajo 0,5 ppm, y 2900 mg/l bajo 1 ppm.

15. EJEMPLO 35.

300 partes de alquilamina oxietilada $C_{10}-C_{14}$ fabricados por reacción de dos moles de óxido de etileno con un mol de amina de coco, se unieron en un vaso de reacción. Se adicionaron posteriormente 15 partes de ácido acético al 99% y se mezclaron durante 15 minutos. Después, se adicionaron gradualmente, 180 partes de ácido polifosfórico, con agitación constante, manteniendo la temperatura de la mezcla reaccionante, por debajo de $100^{\circ}C$. Una vez que el ácido estuvo totalmente adicionado, la temperatura se mantuvo a $100^{\circ}C$ durante 30 minutos.



EJEMPLO 36.

5. El procedimiento fué el mismo que en el ejemplo 35, a excepción de que se hizo uso de 210 partes de ácido acético al 99% en vez de las 15 partes utilizadas en el ejemplo 35.

EJEMPLO 37.

10. El procedimiento fué el mismo que en el ejemplo 35, a excepción de que se hizo uso de 100 partes de alcohol n-propil, en vez de las 15 partes de ácido acético al 99%. El producto resultante se enfrió hasta 88°C y se mezcló posteriormente con 100 partes de n-propanol y 300 partes de agua.

EJEMPLO 38.

15. El procedimiento fué el mismo que en el ejemplo 37, a excepción de que 100 partes del producto resultante fueron mezcladas con 45 partes de potasa cáustica al 45%.

EJEMPLO 39.

20. 700 partes de ácido polifosfórico se calentaron hasta 50°C en una matraz de tres bocas, con agitación, Una mezcla de 100 partes de amina de coco oxietilada, preparada según se ha descrito en el ejemplo 1, y 300 partes de un residuo de trietanolamina, se adicionaron poco a poco al ácido polifosfórico, en tanto que la masa reaccionante era conducida a una temperatura de 145°C, manteniéndose una temperatura de 150°C, durante 30 minutos, enfriándose luego los productos resultantes hasta 100°C y adicionando finalmente 525 partes de agua.

EJEMPLO 40.



100 partes del producto del ejemplo 39 se mezclaron con sosa cáustica al 50% .

EJEMPLO 41.

5. 100 partes de amina de coco oxietilada, preparada según se ha descrito en el ejemplo 35, se mezclaron con 100 partes de alcohol tridecílico oxietilado (4,5 moles de óxido de etileno por mol de alcohol tridecílico), así como con 300 partes de un residuo de trietanolamina (amina N-1) calentándose la solución obtenida hasta 50°C. Esta mezcla fué adicionada poco a poco a 830 partes de ácido polifosfórico calentado a 50°C en un matraz de tres bocas, con agitación. La temperatura se reguló en forma creciente hasta unos 140 o 145°C durante 15 o 20 minutos, y el producto resultante se enfrió posteriormente por debajo de 100°C, y se le adicionaron 600 partes de agua y 50 partes de n-propanol.
- 10.
- 15.

EJEMPLO 42.

- El procedimiento se llevó a efecto de igual manera que en el ejemplo 41, a excepción de que la proporción de ácido polifosfórico se redujo a 700 partes, y la cantidad de amina de coco oxietilada se redujo a 50 partes, mientras que finalmente la cantidad de agua adicionada al final de la operación fué de 500 partes.
- 20.

EJEMPLO 43.

- 100 partes del producto del ejemplo 41 se mezclaron con 50 partes de una solución de hidróxido sódico al 50%.
- 25.

EJEMPLO 44.

100 partes del producto del ejemplo 42 se mezcla-

7 SEP.



ron con 50 partes de una solución de hidróxido sódico al 50%.

EJEMPLO 45.

5. 100 partes de amina de coco oxietilada tal como la descrita en el ejemplo 35, juntamente con 100 partes de alcohol tridecílico oxietilado, análogo al descrito en el ejemplo 41, 100 partes de glicerina oxietilada, y finalmente 300 partes de un residuo de trietanolamina (Amina N-1), se mezclaron y calentaron hasta una temperatura de 50°C, obteniendo una clara solución a la que se adicionaron 1000 partes de ácido polifosfórico, en un matraz de tres bocas, manteniendo una adecuada agitación. Se permitió que la temperatura ascendiera hasta unos 145-150°C mientras duraba la adición de la mezcla, y después enfriando por debajo de 100°C, se adicionaron al producto resultante, 500 partes de agua y 50 partes de n-propanol.

EJEMPLO 46.

20. 100 partes del producto del ejemplo 45, se mezclaron con 50 partes de una solución acuosa de hidróxido sódico al 50%.

EJEMPLO 47.

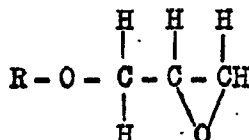
25. 400 partes de ácido polifosfórico se calentaron hasta 70°C y se le adicionaron 250 partes de un remanente de trietanolamina (Amina N-1) manteniendo la agitación, así como la temperatura de la mezcla reaccionante entre 100 y 110°C. Esta temperatura permaneció invariable durante la adición de las 3/4 partes de la amina, en tanto que durante la adición de la cuarta parte restante se incrementó la tem

7 SEP



peratura hasta 130°C, manteniéndose esta última temperatura durante 30 minutos.

- 5. 400 partes de este producto, se calentaron hasta una temperatura de 100°C en un matraz de tres bocas, en donde se adicionaron 200 partes de un grupo epoxídico que contiene 8-10 átomos de carbono, según la fórmula:



- 10. en donde R equivale al grupo alquilico con 8-10 átomos de carbono (por ejemplo Epóxido nº 7). El epóxido se adicionó gradualmente y la temperatura se fué aumentando hasta unos 140 o 145°C, en donde se mantuvo durante 3 horas. El producto se calentó posteriormente hasta 200°C y después se enfrió por debajo de 100°C. Finalmente se adicionaron 300 partes de agua.

EJEMPLO 48.

- 15. 350 partes de ácido polifosfórico se calentaron hasta 50°C en un matraz de 3 bocas, en donde se adicionó lentamente y con agitación una mezcla de 150 partes de un residuo de trietanolamina (Amina N-1) y 200 partes de un grupo epoxídico de cadena larga tal como el descrito en el ejemplo 47. Se permitió que la temperatura aumentase hasta 135°C, donde se mantuvo durante 30 minutos, enfriándose posteriormente la mezcla por debajo de 100°C y adicionándose se finalmente 400 partes de agua, 450 partes de una solución acuosa de sosa cáustica al 50% y 75 partes de n-propanol.

25. EJEMPLO 49.

480 partes de etilendiamina oxietilada (25,7% de etilendiamina más 74,3% de óxido de etileno), 200 partes



7 SEP 1950

- del grupo epoxídico de cadena larga descrito en el ejemplo 47 y, finalmente, tres partes de trifluoruro de boro se adicionaron en un matraz de tres bocas, y se calentaron con agitación hasta 150°C , manteniéndose tal temperatura durante 1 hora. 100 partes de este producto se adicionaron poco a poco a 300 partes de ácido polifosfórico calentado a 50°C en un matraz de tres bocas, manteniéndose la temperatura por debajo de 130°C hasta completar la adición, y ascendiendo posteriormente la temperatura a 130°C , la cual se mantuvo durante 30 minutos. Los productos se enfriaron después por debajo de 100°C , adicionando posteriormente 700 partes de agua, 100 partes de n-propanol, y 200 partes de una solución de sosa cáustica acuosa al 50%.

EJEMPLO 50.

15. 200 partes de etilendiamina oxietilada, obtenida por reacción de 3 moles de etileno con un mol de etilendiamina, juntamente con 200 partes del grupo epoxídico de cadena larga descrito en el ejemplo 47, y dos partes de trifluoruro de boro, se adicionaron en un matraz de tres bocas, que se calentaron con agitación hasta $160-165^{\circ}\text{C}$, manteniéndose la temperatura de la mezcla durante una hora.
20. 300 partes de ácido polifosfórico calentado a 50°C se adicionaron poco a poco a 200 partes del anteriormente mencionado producto, mientras que la temperatura se conservaba por debajo de 130°C . Cuando todo el ácido se hubo adicionado, se agitó la mezcla durante 30 minutos, y se enfrió y mezcló con 200 partes de agua, 50 partes de n-propanol y 250 partes de sosa cáustica acuosa al 50%.

7 SEP.



EJEMPLO 51.

5. El procedimiento fué de iguales características que en el ejemplo 50 a excepción de que se hicieron reaccionar 600 partes del producto preparado con la etilendiami na oxietilada y el grupo epoxídico de cadena larga, con 900 partes de ácido polifosfórico, mezclándose finalmente el producto resultante con 150 partes de alcohol n-propílico y 600 partes de agua.

EJEMPLO 52.

10. 100 partes del producto obtenido en el ejemplo 51, se mezclaron con 50 partes de hidróxido amónico.

EJEMPLO 53.

15. 100 partes del producto del ejemplo 51, se mezclaron con 60 partes de amina C-6 y 10 partes de agua.

EJEMPLO 54.

15. 100 partes del producto del ejemplo 51, se mezclaron con 60 partes de un residuo de trietanolamina (Amina N-1) y 10 partes de agua.

EJEMPLO 55.

20. 100 partes del producto del ejemplo 51, se mezclaron con 50 partes de productos sólidos de poliamina H y 35 partes de agua.

EJEMPLO 56.

25. 200 partes de un producto hecho por reacción entre tres moles de óxido de etileno con un mol de amina de coco se mezclaron con 20 partes de ácido acético al 99%. Posteriormente se adicionaron 100 partes de alcohol n-propílico y a la mezcla resultante se le añadieron después, 450 partes de ácido polifosfórico, llevando la temperatura por



debajo de 130°C durante la adición, y manteniendo luego la temperatura a 130°C durante 30 minutos. La mezcla se enfrió y se le adicionaron 200 partes de agua.

EJEMPLO 57.

5. 300 partes del producto del ejemplo 56, se mezclaron con 120 partes de una solución acuosa de sosa cáustica al 50%.

EJEMPLO 58.

10. El procedimiento fué el mismo que en el ejemplo 56, a excepción de que se usaron 25 partes de ácido acético al 99% en lugar de 20 partes, y 550 partes de ácido polifosfórico, en vez de 450 partes. El ácido polifosfórico se adicionó poco a poco, manteniendo la masa reaccionante a una temperatura por debajo de 110°C. Cuando todo el ácido estuvo
15. adicionado, la temperatura se mantuvo a 110°C durante 15 minutos, y finalmente se añadieron 75 partes de un residuo de trietanolamina (Amina N-1).

EJEMPLO 59.

20. 600 partes del producto del ejemplo 58, se mezclaron con 500 partes de agua.

EJEMPLO 60.

100 partes del producto del ejemplo 59 se mezclaron con 25 partes de una solución acuosa de sosa cáustica al 50%.

25. EJEMPLO 61.

200 partes del producto del ejemplo 59 se mezclaron con 45 partes de hidróxido amónico.

EJEMPLO 62.



200 partes del producto del ejemplo 59 se mezclaron con 85 partes de Amina C-6.

EJEMPLO 63.

5. 100 partes del producto del ejemplo 59 se mezclaron con 45 partes de una solución acuosa de potasa cáustica molida, al 45%.

EJEMPLO 64.

100 partes del producto del ejemplo 59 se mezclaron con 20 partes de carbonato magnésico.

10. EJEMPLO 65.

100 partes del producto del ejemplo 59 se mezclaron con 50 partes de productos sólidos de poliamina H, 20 partes de agua, y 5 partes de n-propanol.

EJEMPLO 66.

15. 100 partes del producto del ejemplo 59 se mezclaron con 50 partes de dietilentiamina.

EJEMPLO 67.

100 partes del producto del ejemplo 59 se mezclaron con 50 partes de un residuo de amina sin resinar.

20. EJEMPLO 68.

100 partes del producto del ejemplo 59 se mezclaron con 50 partes de Amina AI-1 y 10 partes de agua.

EJEMPLO 69.

25. 225 partes de amina de coco oxietilada, hecha por reacción de 6 moles de óxido de etileno con un mol de amina de coco se mezclaron con 30 partes de ácido acético al 99%, y a la mezcla resultante se le adicionaron 100 partes de alcohol n-propílico. Se adicionaron poco a poco 550 partes



- de ácido polifosfórico, manteniendo la temperatura de la reacción por debajo de 100°C; y cuando todo el ácido estuvo disuelto, se agitó la mezcla durante 15 minutos, y se adicionaron 75 partes de un residuo de trietanolamina (Amina N-1), manteniendo la temperatura por debajo de 100°C. La mezcla fué posteriormente agitada durante 30 minutos, y se adicionaron 815 partes de agua.
- 5.

EJEMPLO 70.

- 225 partes de una amina grasa de cadena larga (Formonyte 801) oxietilada con 6 moles de dicha amina por mol de etileno, se mezclaron con 30 partes de ácido acético al 99%, 100 partes de alcohol n-propílico y 120 partes de glicerina oxietilada, preparada por reacción en partes iguales de glicerina y óxido de etileno en presencia de un 0,1% en peso de potasa cáustica molida. A esta mezcla se le adicionaron poco a poco 600 partes de ácido polifosfórico, manteniendo la temperatura de reacción por debajo de 100°C. Después de efectuar la adición del ácido, la mezcla se agitó durante 30 minutos, y se adicionaron 75 partes de un residuo de trietanolamina (Amina N-1). La mezcla fué de nuevo agitada durante 30 minutos, y finalmente se le adicionaron 960 partes de agua.
- 10.
- 15.
- 20.

EJEMPLO 71.

- 100 partes del producto del ejemplo 69 se mezclaron con 50 partes de un residuo de trietanolamina, (Amina N-1).
- 25.

EJEMPLO 72.

100 partes del producto del ejemplo 70, se mezcla

7 SEP. 1962



ran con 35 partes de un residuo de trietanolamina (Amina N-1).

EJEMPLO 73

5. 100 partes del producto del ejemplo 70, se mezclaron con 25 partes de una amina de cadena larga y oxialaminada (Formonyte 801 más 6 mols de óxido de etileno por mol de dicha amina), 25 partes de agua y 25 partes de un residuo de trietanolamina (Amina N-1).

EJEMPLO 74

10. Se siguió el mismo procedimiento que en el ejemplo 73, a excepción de que se emplearon 55 partes de amina oxietilada juntamente con 55 partes de agua, sin hacer uso de residuo de trietanolamina.

EJEMPLO 75

15. 100 partes del producto del ejemplo 59 se mezclaron con 50 partes de amina C-6.

EJEMPLO 76

20. 100 partes del producto del ejemplo 59 se mezclaron con 15 partes de una amina oxietilada de cadena larga (un mol de Formonyte 801 más 6 moles de óxido de etileno), 15 partes de agua y 40 partes de amina C-6.

EJEMPLO 77

25. 200 partes de una amina oxietilada, de cadena larga, (1 mol de Formonyte 801 más 3 moles de óxido de etileno), 25 partes de ácido acético al 99%, 100 partes de alcohol n-propílico, y 120 partes de glicerina oxietilada (en partes iguales de óxido de etileno y glicerina), se mezclaron, adicionándose posteriormente 600 partes de áci-



5. do polifosfórico, manteniendo además la temperatura por debajo de 105°C . Una vez que el ácido se hubo disuelto, la mezcla se agitó durante 30 minutos, y se adicionaron 75 partes de amina N-1, manteniendo la temperatura por debajo de 105°C . Cuando la Amina N-1 se hubo disuelto, la mezcla se agitó durante 30 minutos, enfriando posteriormente y adicionando posteriormente 1120 partes de agua.

EJEMPLO 78

10. 100 partes del producto del ejemplo 77, se mezclaron con 25 partes de sosa cáustica al 50%.

EJEMPLO 79

200 partes del producto del ejemplo 77 se mezclaron con 100 partes de Amina G-6.

EJEMPLO 80

15. 200 partes del producto del ejemplo 77, se mezclaron con 80 partes de Amina G-6.

EJEMPLO 81

20. 270 partes de una amina oxietilada de cadena larga (un mol de Formonyte 801 más 3 moles de óxido de etileno), 40 partes de ácido acético al 99%, 60 partes de alcohol n-propílico, y 300 partes de glicerina oxietilada, obtenida uniendo a partes iguales óxido de etileno y glicerina, se mezclaron debidamente y se les adicionaron posteriormente y poco a poco, 900 partes de ácido polifosfórico, manteniendo además la temperatura por debajo de 110°C .
25. A continuación de la adición del precitado ácido, la mezcla se agitó durante 30 minutos, a una temperatura de 100°C ; enfriando luego hasta 90°C y se añadió 100 partes de un

7 SEP.



residuo de trietanolamina (Amina N-1) mientras la temperatura era mantenida por debajo de 110°C . La mezcla se agitó de nuevo durante 30 minutos a 100°C , y tras enfriar hasta 90°C se añadieron 500 partes de agua.

5. EJEMPLO 82

100 partes del producto del ejemplo 81, se mezclaron con 60 partes de Amina C-6 y 85 partes de agua.

EJEMPLO 83

10. 100 partes del producto del ejemplo 59, se mezclaron con 25 partes de una amina de cadena larga (Formonite 801), y 25 partes de n-propanol.

15. Los esteres fosfatados de los ejemplos 35 al 83 son evaluados como inhibidores de incrustación, de la manera descrita previamente, por calentamiento de cantidades variables en una salmuera, durante períodos predeterminados, determinando entonces las cantidades de carbonato cálcico o sulfato cálcico retenidas en solución.

Los ejemplos siguientes, 84 y 85, ilustran los resultados obtenidos.

20. EJEMPLO 84

25. En este ensayo, se hizo uso de la salmuera A bajo una temperatura de 71°C durante 20 horas, y según un sistema estático, por ejemplo sin agitación. La prueba inicial contenía 1800 mg/l de carbonato cálcico al comienzo del ensayo, y cuando no se efectuó adición de producto químico, quedaron retenidos en solución, 480 mg/l de carbonato cálcico al final del ensayo. Con adición de 2,5 partes por millón (ppm) de la misma composición de los



ejemplos 40, 43, 44 y 46, todos ellos produjeron la total retención del carbonato de calcio en la solución.

EJEMPLO 85

- 50 ml. de salmuera B y 50 ml. de salmuera C, se mezclaron juntamente y se usaron en un ensayo de precipitación de sulfato cálcico, bajo una temperatura de 71°C durante 24 horas, sin agitación. Una muestra de control tomada en el comienzo de la operación, dió como resultado la existencia de 4200 mg/l de sulfato de calcio, calculado como carbonato de calcio. Al final de la prueba, el control contenía 2500 mg/l de sulfato de calcio, calculado como carbonato cálcico. La adición de una ppm de la composición de los ejemplos 59, 61, 69, 70, 75 y 76, produjo la retención de 4200, 4200, 3200, 3700, 4100 y 3800 mg/l respectivamente, de sulfato de calcio. Por otra parte la adición de 3 ppm, y de 5 ppm de las anteriormente mencionadas composiciones, produjo la retención de todo el sulfato cálcico.

EJEMPLO 86

- 100 partes de tetrahidroxietilendiamina se mezclaron con 200 partes de alcohol tridecílico oxietilado (7,6% de tridecilalcohol, más 52,4% de óxido de etileno) y 30 partes de propanol normal. A la mezcla resultante se adicionaron 200 partes de ácido polifosfórico, manteniendo la temperatura de la mezcla hasta alcanzar unos 100 a 125°C. La temperatura se mantuvo en tal intervalo durante 30 minutos, disminuyéndola posteriormente por debajo de 100°C. Después se adicionaron 200 partes de agua, 100 par-



tes de metanol, y 50 partes de una solución acuosa de sosa cáustica al 50%.

EJEMPLO 87

5. 300 partes de un residuo de destilación obtenido en la fabricación de trietanolamina (Amina N-1) se mezclaron con 150 partes de alcohol tridecílico oxietilado, descrito en el ejemplo 1, calentándose la mezcla hasta 50°C. Después se adicionaron 700 partes de ácido polifosfórico, manteniendo la temperatura de la mezcla hasta alcanzar
10. entre 130 y 140°C. Posteriormente la mezcla se enfrió por debajo de 100°C y se adicionaron 700 partes de agua.

EJEMPLO 88

15. 150 partes de un residuo de destilación de trietanolamina (amina N-1), se mezclaron con 150 partes de una mezcla de alcoholes alifáticos (Alfol 610), que contiene un 20% de etanol, un 35% de octanol y el resto decanol. Esta mezcla se calentó hasta 50°C y se adicionaron 700 partes de ácido polifosfórico, lentamente y dejando subir la temperatura hasta 130 a 140°C. La mezcla se mantuvo en el
20. referido intervalo durante 30 minutos, una vez que se hubo completado la adición del referido ácido, disminuyéndose luego la temperatura hasta 95°C, y adicionándose finalmente 500 partes de agua y 700 partes de propanol normal.

EJEMPLO 89

25. 150 partes de un residuo de destilación de trietanolamina (Amina N-1), se mezclaron con 150 partes de alcohol tridecílico oxietilado (30,7% de alcohol tridecílico más 69,3% de óxido de etileno), y la mezcla se calentó has



5. ta 50°C. Posteriormente se adicionaron lentamente 500 partes de ácido polifosfórico, mientras se dejaba subir la temperatura hasta 130 - 140°C, manteniéndose la temperatura dentro de tal intervalo durante 30 minutos, después de haber completado la adición del mencionado ácido. Finalmente se enfrió la solución hasta 95°C, y se adicionaron 400 partes de agua.

EJEMPLO 90

10. El procedimiento es idéntico al del ejemplo 89, a excepción de que el ácido polifosfórico se situó en un matraz de tres bocas, y se elevó la temperatura hasta 50°C, manteniendo una constante agitación. Posteriormente se interrumpió el calentamiento, al tiempo que se calentaba hasta 50°C la mezcla de hidroxiamina y alcohol tridecílico
15. oxietilado, efectuándose una adición gradual entre ambos productos, permitiendo que la temperatura se incrementara hasta 130°C, a cuyo nivel se mantuvo durante 30 minutos, enfriándose posteriormente hasta 95°C y adicionando finalmente 400 partes de agua.

20. EJEMPLO 91

El procedimiento se desarrolló de idéntica manera que en el ejemplo 88, a excepción de que la mezcla de hidroxiamina y Alfol 610, se adicionó al ácido polifosfórico.

EJEMPLO 92

25. 150 partes de un residuo de destilación de trietanolamina (Amina N-1), se mezcló con 150 partes de nonilfenol oxietilado (32,5% de nonilfenol más 67,5% de óxido de etileno), y se añadieron lentamente 500 partes de ácido



7 SEP

5. polifosfórico, manteniendo la temperatura de la mezcla en un incremento constante hasta alcanzar 130°C , a cuyo nivel se mantuvo el sistema durante 30 minutos, después de los cuales, la mezcla se enfrió hasta 95°C y se adicionaron finalmente 400 partes de agua.

EJEMPLO 93

10. 250 partes de ácido polifosfórico se calentaron hasta 50°C , y posteriormente se le adicionó una mezcla de 75 partes de amina N-1 y 75 partes de fenol oxietilado (55,6% de nonilfenol más 44,4% de óxido de etileno) permitiendo que la temperatura de la reacción se elevara hasta 130°C . La mezcla reaccional se mantuvo a esta temperatura durante 30 minutos y luego fué enfriada por debajo de 100°C adicionando finalmente 200 partes de agua y 50 partes de propanol normal.
- 15.

EJEMPLO 94

20. 500 partes de ácido polifosfórico, se calentaron hasta 50°C y se unieron con una mezcla de 30 partes de Amina N-1 y 30 partes de Alfol 1218 (mezcla monohídrica que contiene un 62% de hexadecanol y un 35% de octadecanol) realizándose la adición lentamente mientras se deja subir la temperatura hasta 130°C . La mezcla reaccionante se mantuvo a la precitada temperatura durante 30 minutos, y posteriormente se enfrió por debajo de 100°C , adicionando 150 partes de agua, y 125 partes de propanol normal.
- 25.

EJEMPLO 95

250 partes de ácido polifosfórico, se calentaron hasta 50°C y se unieron con una mezcla de 75 partes de

7 SEP.



- tetrahidroxietilendiamina, y 75 partes de alcohol tridecílico oxietilado (30,7% de alcohol tridecílico más 69,3% de óxido de etileno) realizándose la adición lentamente, y permitiendo que la temperatura de la mezcla alcanzara hasta los 130°C, cuya temperatura se mantuvo durante 30 minutos. La mezcla fué posteriormente enfriada por debajo de 100°C y se adicionaron finalmente 200 partes de agua.

EJEMPLO 96

- 250 partes de ácido polifosfórico se calentaron hasta 50°C, y se unieron con una muestra de 75 partes de tetrahidroxietilendiamina, y 75 partes de nonilfenol oxietilado (32,5% de nonilfenol más 67,5% de óxido de etileno), realizándose la adición lentamente y permitiendo que la temperatura alcanzara un nivel de 130°C, cuya temperatura se mantuvo durante 30 minutos, realizándose un posterior enfriamiento, y una adición de 200 partes de agua.

EJEMPLO 97

- 250 partes de ácido polifosfórico, se calentaron hasta 50°C, y se unieron a una mezcla de 75 partes de tetrahidroxietilendiamina y 75 partes de nonilfenol oxietilado (55,6% de nonilfenol más 44,4% de óxido de etileno) realizándose la adición poco a poco y permitiendo que la temperatura de reacción suba hasta 130°C, la cual se mantuvo durante 30 minutos, efectuándose posterior enfriamiento, y una adición de 200 partes de agua y 25 partes de propanol normal.

EJEMPLO 98

250 partes de ácido polifosfórico, se calentaron



5. hasta 50°C, y se unieron con una mezcla de 75 partes de tetrahidroxietilendiamina, y 75 partes de alcohol tri-
decílico, efectuando la unión lentamente, y permitiendo
que la temperatura de la reacción alcanzara 130°C. La mez-
cla se mantuvo a esta temperatura durante 30 minutos, en-
friándose posteriormente y adicionando 200 partes de agua
y 50 partes de propanol normal.

EJEMPLO 99

10. 250 partes de ácido polifosfórico se calentaron
hasta 50°C, y se les adiciona una mezcla formada por 75
partes de un residuo de destilación de trietanolamina (Amino N-1) y 75 partes de tridecil alcohol, lentamente mien-
tras se deja subir la temperatura de reacción hasta 130°C.
La temperatura de la mezcla se mantuvo a este nivel duran-
te 30 minutos, y finalmente se enfrió, efectuando una adi-
ción de 200 partes de agua y 75 partes de propanol normal.

EJEMPLO 100

20. 250 partes de ácido polifosfórico se calentaron
hasta 50°C, y se les añade lentamente una mezcla de 75 par-
tes de tetrahidroxietilendiamina y 75 partes de Alfol
610, mientras se deja subir la temperatura hasta 130°C. La
temperatura de la mezcla reaccionante, se mantuvo a 130°C
durante 30 minutos. La mezcla se dejó enfriar, y finalmen-
te se efectuó la adición de 200 partes de agua y 75 partes
de propanol normal.

EJEMPLO 101

25. 250 partes de ácido polifosfórico, se calentaron
hasta 50°C, y se les añade lentamente una mezcla de 75 par-



5. tes de tetrahidroxietilendiamina y 75 partes de Alfol 1218, mientras se deja subir la temperatura de reacción hasta 130°C. La precitada temperatura se mantuvo durante 30 minutos, y finalmente se enfrió la mezcla, adicionando 200 partes de agua y 50 partes de propanol normal.

EJEMPLO 102

200 partes del producto del ejemplo 90 se mezclaron con 75 partes de agua y 100 partes de una solución acuosa de sosa cáustica al 50%.

10. EJEMPLO 103

200 partes del producto del ejemplo 90, se mezclaron con 250 partes de agua, y 150 partes de amina N-1.

EJEMPLO 104

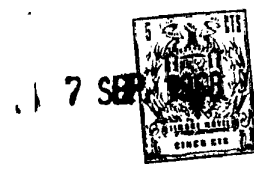
15. 200 partes del producto del ejemplo 90, se mezclaron con 50 partes de agua y 150 partes de Amina C-6.

EJEMPLO 105

20. 250 partes de ácido polifosfórico se calentaron hasta 50°C, y se le adicionó una mezcla de 75 partes de Amina N-1 y 75 partes de alcohol tridecílico oxietilado (11,1% de alcohol tridecílico más 89,9% de óxido de etileno) efectuando la adición lentamente, al tiempo que la temperatura se dejó subir hasta 130°C. Tal temperatura se mantuvo durante 30 minutos, enfriándose posteriormente los productos de la reacción, y adicionando 200 partes de agua.

25. EJEMPLO 106

250 partes de ácido polifosfórico se calentaron hasta 50°C, y se les añadió lentamente una mezcla formada por 75 partes de Amina N-1 y 75 partes de nonilfenol oxie-



5. tilado (10,7% de nonilfenol más 89,3% de óxido de etileno) mientras se deja subir la temperatura de reacción hasta 130°C. Después de calentar a esta temperatura durante 30 minutos, el producto de la reacción se enfrió, y se adicionaron 200 partes de agua.

EJEMPLO 107

10. 250 partes de ácido polifosfórico se calentaron hasta 50°C, y se les añadió lentamente una mezcla de 75 partes de tetrahidroxietilendiamina y 75 partes de alcohol tridecílico (11,1% de alcohol tridecílico más 89,9% de óxido de etileno) mientras se dejaba subir la temperatura de la reacción hasta 130°C. Tal temperatura se mantuvo durante 30 minutos, y una vez enfriados los productos, se adicionaron 200 partes de agua.

15. EJEMPLO 108

20. 200 partes de ácido polifosfórico se calentaron hasta 50°C, y se les añadió lentamente una mezcla de 75 partes de tetrahidroxietilendiamina y 75 partes de nonilfenol oxietilado (10,7% de nonilfenol más 89,3% de óxido de etileno), mientras se dejaba subir la temperatura de reacción hasta 130°C, la cual se mantuvo durante 30 minutos, luego la mezcla de reacción fue enfriada y se adicionaron 200 partes de agua.

EJEMPLO 109

25. El procedimiento se llevó a efecto de igual modo que en el ejemplo 90, a excepción de que el producto se diluyó con propanol normal y agua. En el producto resultante, el ácido polifosfórico constituyó el 21,4%, el alcohol tri-



decílico oxietilado el 6,4%, el residuo de trietanolamina el 6,4%, el agua el 50,4% y el propanol normal un 15,4%. El componente activo era, por esta razón, de 34,2%.

- En los ejemplos precedentes, la fosfatación se
5. llevó a efecto con ácido polifosfórico al 115%. También pueden ser usados el pentóxido de fósforo, o mezclas de ácido polifosfórico y pentóxido de fósforo; sin embargo la reacción es mucho más suave con ácido polifosfórico, y su control es mucho más fácil.
10. Las composiciones de la invención, son especialmente efectivas para inhibir las incrustaciones sobre superficies metálicas, producidas por sulfato de calcio, sulfato de bario y carbonato de calcio. Son útiles en las industrias de producción de petróleo, para evitar los depósitos de compuestos productores de incrustaciones en superficies metálicas de bombas, conductos, válvulas, tanques, y similares, cuando las aguas que contienen los compuestos productores de incrustaciones (o precursores de ellos, por ejemplo bicarbonato cálcico); las cuales deben tratarse en la concentración anteriormente mencionada de por ejemplo 0,5 hasta
15. 100 partes por millón. Los lugares en donde la acumulación de las incrustaciones pueden llegar a ser más fácilmente fuentes de problemas son aquéllos, dentro de los sistemas de manipulación de los líquidos, en los cuales existen cambios
20. en la presión del fluido, cambios en la temperatura, o variaciones en la velocidad de circulación del fluido.
- 25.

La invención puede ser usada en sistemas de inundación para inyectar agua en formaciones subterráneas, en



7 SEP

5. aquellos casos en que el agua sea salobre, o sea una salmuera conducente a la formación de incrustaciones en las superficies metálicas del sistema de inundación. Salmueras típicas encontradas en trabajos de inundación, en los cuales el agua es tomada de manantiales disponibles, en la situación de la obra o cerca de ella son:

	<u>Salmuera A</u>	<u>Salmuera B</u>
Cloruro (NaCl)	49,000 mg/l	28,000 mg/l
Dureza total (CaCO ₃)	5,300 mg/l	3,400 mg/l
Calcio (CaCO ₃)	4,900 mg/l	1,600 mg/l
10. Alcalinidad P (CaCO ₃)	120 mg/l	80 mg/l
Alcalinidad M (CaCO ₃)	1,050 mg/l	130 mg/l
Sulfato (NaSO ₄)	0	4,750 mg/l
pH	7,8	8,3

15. Alguno de los productos previamente descritos puede ser usado para, prevenir la formación de incrustaciones en las paredes metálicas de conductos, equipos de bombas, y tanques de almacenamiento usados en la inyección de flujos acuosos en formaciones subterráneas. La dosificación será variada dependiendo de la composición y del tipo de salmuera en la formación, pero generalmente, se obtendrá un control efectivo con 10 a 20 ppm del inhibidor (partes por millón) y en algunos casos 0,5 ppm son efectivas.

20. En aguas de sistemas de refrigeración cerrados, en donde dicha agua procede de un suministro público usual el mantenimiento de la dosificación a un nivel de 15-30 ppm. es usual, sin embargo un nivel de hasta 100 ppm puede necesi

25.



tarse o desearse en algunos casos particulares.

En calderas de baja presión, el nivel de dosificación del orden de 50-250 ppm debe ser empleado para el agua de alimentación, siendo normal un nivel de 80 a 100 ppm.

5. Las composiciones de la invención pueden ser usadas en muchos casos de desincrustación de superficies metálicas, en particular en superficies de metales ferrosos en donde aparezcan problemas a causa del sulfato de bario, sulfato cálcico y/o carbonato cálcico. Mediante un adecuado control de las formaciones de incrustaciones, pueden minimizarse las averías, mantenimiento, limpiezas y reparaciones causadas o determinadas por las formaciones incrustadas.

10. Según un ensayo comparativo usando salmueras hechas por disolución de 7,5 gr de cloruro sódico y 8,33 gr. de cloruro cálcico en agua destilada en cantidad suficiente para hacer 1 litro (salmuera C), y 7,5 gr. de cloruro sódico y 10,66 gr. de SO_4Na_2 en agua destilada suficiente para hacer 1 litro (Salmuera D), se encontró que la composición del ejemplo 109 fué parcialmente efectiva en la prevención de la deposición de sulfato cálcico, bajo 0,25 ppm; y completamente efectiva bajo 1 ppm cuando 50 ml de cada salmuera se mezclaron y calentaron durante 24 horas a $71^{\circ}C$. Un ensayo de control sin aditivos causó un depósito de 1800 ppm de SO_4Ca calculado como CO_3Ca .

20. La composición del ejemplo 109 asimismo previene la precipitación de sulfato bórico durante un período de más de 20 horas a una temperatura de $71^{\circ}C$, haciendo uso de concentraciones de dicha composición de 1 a 10 ppm en una



solución que contenga una concentración de bario de 160 mg/l, como sulfato bórico y una concentración de 1600 mg/l de sulfato, como sulfato sódico.

- La composición del ejemplo 109 fué también efectiva para la prevención de deposiciones de carbonato cálcico en la superficie de celdas de ensayo que contienen 20 ml de salmuera (Salmuera E) hecha por disolución de 5180 mg/l de bicarbonato sódico, 22,200 mg/l de cloruro sódico, 6 mg/l de sulfato sódico (SO_4Na_2), 366 mg/l de cloruro magnésico ($Cl_2 Mg.6H_2O$) y 2000 mg/l de cloruro cálcico, teniendo un pH de 6,2 cuya solución se saturó de dióxido de carbono, anteriormente usado y se calentó durante 20 horas a 160°C. Se obtuvo una completa inhibición en la deposición de carbonato cálcico, bajo una dosificación de 3 ppm. La muestra de control depositó 1460 gr/l de carbonato cálcico.
- 5.
- 10.
- 15.

- De manera similar se evaluaron los productos de los ejemplos 93 a 104, encontrándose que todos ellos eran eficaces en la retención de sulfato cálcico en solución en una mezcla de 50 ml de salmuera C y 50 ml de salmuera D, bajo una temperatura de 71°C y unas condiciones estáticas, durante 24 horas. En las muestras de control, antes de la precipitación, el contenido de sulfato cálcico calculado como carbonato cálcico era de 4800 mg/l, y después de la precipitación, de 3000 mg/l. La adición de 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm, 5 ppm y 10 ppm de cada una de las composiciones de los ejemplos 93 a 104 respectivamente, produjo la retención de todo el sulfato de calcio en los casos de los productos de los ejemplos 93 y 95 y una parcial retención en el caso
- 20.
- 25.



de los otros productos.

- En otras series de ensayos bajo similares condiciones, en las que la muestra de control antes de la precipitación dió 4900 mg/l de sulfato cálcico, calculado como carbonato, y 3200 mg/l después de la precipitación, la adición de 1 ppm, 3 ppm, 5ppm, y 10 ppm de cada uno de los productos de los ejemplos 105, 106, 107 y 108 produjo la retención de todo el sulfato cálcico. La adición de 0,5 ppm del producto del ejemplo 105 produjo la retención de 4600 mg/l de sulfato cálcico, calculado como carbonato cálcico, y por otra parte la adición de 0,5 ppm del producto de los ejemplos 106, 107 y 108 produjo la retención de todo el sulfato cálcico.

- En una salmuera de carbonato cálcico, del tipo previamente descrito, calentada a temperatura de 71°C, bajo condiciones estáticas y durante 24 horas, el ensayo previo dió antes de la precipitación un contenido de 1840 mg/l de carbonato cálcico, y después de la precipitación 400 mg/l de mismo compuesto. Una adición del orden de 1 ppm. de cada una de las composiciones de los ejemplos 93 a 104 produjo algo de retención del carbonato cálcico, y la adición de 20 ppm produjo su retención completa. En el caso de los ejemplos 95 y 101 se obtuvo una retención completa bajo una concentración de 5 ppm.

- En un ensayo análogo durante un período de 20 horas, las concentraciones de los ejemplos 105 a 108 proporcionaron una completa retención del carbonato cálcico bajo concentración de 3 ppm. Los productos de los ejemplos 106,



7

107 y 108 produjeron también una retención completa bajo una concentración de 1 ppm.

5. En el proceso de fabricación de ésteres fosfatados previamente descrito, se entenderá que en aquellos casos en que sea utilizado un disolvente, el proceso será conducido a una temperatura por debajo del punto de ebullición de dicho disolvente.

10. Los disolventes usados actúan como disolventes combinados y agentes para el control de la viscosidad, aunque algunos disolventes, por ejemplo el ácido hidroxiaético poseedor de un grupo hidróxilo activo, reaccionarán en la fosfatación e influenciarán la composición total de los productos finales.

15. En cierto número de campos petrolíferos del Oeste de Tejas y de otras áreas, han sido establecidas inundaciones en las cuales se utilizaron para la inyección aguas incompatibles con las aguas fósiles. Esto sucede cuando no se dispone de una fuente de agua compatible.

20. En la mayor parte de estas inundaciones se hace uso de agua con alto contenido de sulfato, para inundar formaciones que posean agua con alto contenido en calcio. A medida que las aguas alcanzan el pozo productor, se mezclan y sucede la deposición del sulfato cálcico, tanto en la formación, en el orificio del pozo, como en el equipo de producción.
25. Esto requiere la sustitución los tubos, barras y bombas de limpieza y surgen dificultades en el desarrollo, a causa del trabajo suplementario, lo cual es el caso más corriente. En la práctica de la presente invención, la for-



- mación de incrustaciones en el equipo de producción, así como en las formaciones subterráneas, pueden ser reducidas o prevenidas. Sin embargo, a medida que se forman las incrustaciones en la formación productora, el agente químico de control de las incrustaciones ha de ser forzado al interior de la formación subterránea productora y de esta manera puede ser rechazado poco a poco a una de las aguas antes de mezclarse. Para causar una inhibición de las incrustaciones a largo plazo, los productos químicos deben ser adsorbidos en las formaciones subterráneas de modo que sean soltadas poco a poco al agua a medida que ésta pasa por la formación de modo que se encuentre siempre en el agua una concentración química de 1 a 10000 ppm.
- 5.
- 10.

- Algunos compuestos de control de incrustaciones, cuando son forzados en las formaciones son adsorbidos tan energicamente que se produce muy poco rechazo, si es que se llega a producir, mientras que otros compuestos no son esencialmente adsorbidos y el rechazo se produce de inmediato provocando una protección poco extendida.
- 15.

- En un ejemplo típico de aplicación, de cinco a diez barriles de agua de un pozo de petróleo, de producción se bombean dentro del pozo petrolífero. Una composición tal como las anteriormente descritas es inyectada entonces y desplazada o "escurrida" a través de las formaciones subterráneas que comportan el petróleo, por el bombeo al interior del pozo, de 50 a 150 barriles de agua producida, dependiendo la cantidad, del agua producida. El petróleo y el agua son entonces bombeados desde el pozo.
- 20.
- 25.



5. Similarmente, la invención es aplicable para el tratamiento de aguas de pozos de suministro. Puede ser omitida la preadición de agua al pozo. El fosfato mezclado con ésteres o mezcla de ésteres puede ser añadido directamente por el pozo de entrada de un sistema de inundación consistente en uno o más pozos de entrada y uno o más pozos de abastecimiento.

10. Como previamente se ha indicado, las composiciones químicas preparadas según se ha descrito, son especialmente valiosas por sus propiedades de adsorción-desadsorción las cuales hacen posible que sean adsorbidas por superficies sólidas y liberadas poco a poco dentro del agua, determinando un largo período de tiempo de protección contra la deposición de incrustaciones.

15. En la práctica de la invención, deberá entenderse que pueden efectuarse numerosas modificaciones en la preparación de los ésteres fosfatados. El proceso de esterificación puede ser conducido con o sin la adición de disolvente. Como ejemplos de disolventes se citan el isopropanol, n-propanol, dioxano y tolueno. Si se hace uso de un disolvente, el proceso es conducido normalmente por debajo del punto de fusión del mismo.

20. Debe entenderse en la descripción que el término "hidrocarburo hidroxilado" se aplica para designar hidrocarburos en los que el grupo hidroxilo está ligado directamente al grupo hidrocarburo, tal como en los derivados por oxialquilación en donde el grupo hidroxilo está conectado a una cadena carbonosa conectada a través de oxígeno a un grupo

25.



hidrocarburo. En este último caso, el conjunto oxialquilado puede contener una pluralidad de otros átomos de oxígeno, dependiendo del grado de oxialquilación.

- Como previamente se ha indicado, la hidroxiamina usada en la preparación del éster fosfatado debería contener preferentemente más de un grupo hidróxilo. Por alguna razón inexplicable los compuestos hechos de aminas que contienen más de un grupo hidróxilo y especialmente las que poseen al menos 3 y hasta 6 de tales grupos, tienen más efectividad y pueden ser utilizadas bajo unas dosificaciones menores. El grupo hidróxilo de la amina está preferentemente separado de un átomo de nitrógeno de la amina por 2 a 6 átomos de carbono, por ejemplo un grupo alquílico tal como el etileno, propileno, butileno y homólogos. La amina es, de preferencia, al menos parcialmente soluble en el agua y el producto final también preferiblemente soluble en agua a las concentraciones normales. Mientras que la dosificación del éster fosfatado serán las normales, dentro del orden de 0,5 hasta 100 ppm, ciertos tipos de preparados en uso, pueden requerir altas dosificaciones, tanto como de 200 a 500 ppm.
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.

- Un aspecto importante reside en el hecho de que las composiciones de la invención son efectivas en la inhibición de la precipitación de los compuestos de la dureza del agua, tales como el calcio, cuando tales composiciones se usan como se ha referido comúnmente para las cantidades mínimas, por ejemplo usualmente de 1 a 3 partes por millón, y no más de 10 ppm. Estas cantidades son bas-
- 25.

7 SEP.



tante menores que las requeridas normalmente para la separación del calcio con quelatos.

- Otro importante aspecto es la estabilidad de las composiciones ante las acciones hidrolíticas a altas temperaturas. Por ejemplo, pueden ser usadas para la inhibición de las incrustaciones en agua o salmueras a 94-149°C, en donde los polifosfatos inorgánicos son relativamente inestables. Pueden también utilizarse bajo condiciones en donde se empleen temperaturas mucho mayores, por ejemplo en agua o salmueras que están calentadas por combustión sumergida.
- 5.
- 10.

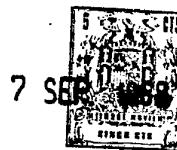
En suma, las composiciones de la invención pueden actuar como inhibidores de la corrosión en aguas y salmueras corrosivas.

- La invención tiene utilidad para evitar la formación de depósitos de incrustaciones que se producen en sistemas de refrigeración cerrados y de paso directo en los que se utilicen aguas duras.
- 15.

- Los compuestos también tienen utilidad en sistemas de agua de alimentación de calderas y en las aguas que son cargadas a ciertos equipos de desalinización, en donde la deposición de incrustaciones es un problema.
- 20.

- La invención puede también ser usada en la prevención de incrustaciones en ciertas aguas efluentes y desagüe particularmente en los casos en que otros materiales usados en la prevención de tales depósitos lleven implícitos problemas de polución.
- 25.

Los compuestos que se han descrito bajo nombres registrados, tienen las siguientes composiciones:



- (1) Formonyte 801; es diamina de N-cocotrimetileno.
- (2) Amina C-6, se obtiene como subproducto de una operación comercial continua; es un líquido claro de color ámbar oscuro, compuesto en principio de una mezcla de monoaminas y diaminas alifáticas y heterocíclicas. Un anillo morfolinilo es el grupo heterocíclico dominante, y el enlace oxietilénico aparece muy frecuentemente en distintos compuestos presentes. La amina C-6 es completamente miscible en agua. Los principales componentes de la amina C-6 con 4-(2-aminoetoxi)etil-morfolina, 2-(4-morfoliniletoxi)-etanol y bis-2-(4-morfolinil)-etil-éter.
5. (3) La amina Al-1 es una mezcla de N-aminoetilpiperacina, N-hidroxiethylpiperacina, N-aminoetiletanolamina, y altos homólogos de estos productos. La mezcla tiene un contenido total de nitrógeno de 29,7 - 30,8% y un contenido valorable de amina, de 16,4 equivalentes molares por gramo.
10. (4) Poliamina H sólida, es una mezcla de polietilen-poliaminas de la serie $H_2N-(RNH)_xH$ en donde las polietilen-poliaminas son altos homólogos tales como la tetraetilen-pentamina.
15. (5) Amina N-1 es un residuo de amina obtenida en la producción de trietanolamina.
- 20.

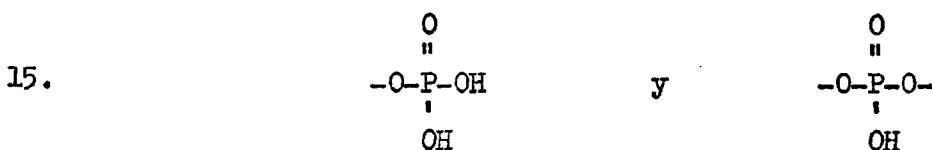
7 SEP.



N O T A

Se reivindica como objeto de la presente patente de invención:

1. Procedimiento para impedir la formación de in crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas, en su contacto con agentes incrustantes o agua corrosiva, caracterizado por el hecho de comprender la operación de poner en contacto dichas superficies metálicas y el agua mientras se mantiene en esta última una cantidad eficaz de un éster fosfatado, o mezcla de ésteres fosfatados de una hidroxiamina en la que los grupos hidroxilo de la amina están conectados a un átomo de nitrógeno de la amina a través de al menos un átomo de carbono, y los grupos fosfato-éster son uno o ambos de los grupos.



2. Procedimiento para impedir la formación de in crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que dicha hidroxiamina es una hidroxiamina no tensoactiva.

3. Procedimiento para impedir la formación de in crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que dicho fosfatoéster es un éster mixto de una hidroxiamina no tensoactiva y una hidroxiamina tensoactiva.



4. Procedimiento para impedir la formación de in crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que dicho fosfatoéster es un éster mixto de una hidroxiamina y un hidrocarburo hidroxilado.
- 5.
5. Procedimiento para impedir la formación de in crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que dicho fosfatoéster es un éster mixto de una hidroxiamina no tensoactiva y un hidrocarburo hidroxilado tensoactivo.
- 10.
6. Procedimiento para impedir la formación de in crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que dicha hidroxiamina contiene al menos dos grupos hidroxietilo.
- 15.
7. Procedimiento para impedir la formación de in crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que dicha hidroxiamina incluye trietanolamina.
- 20.
8. Procedimiento para impedir la formación de in crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que dicha hidroxiamina comprende N,N'-tetraetanol-etilendiamina.
- 25.
9. Procedimiento para impedir la formación de in crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de

7 SEP.



que dicha amina comprende trietanolamina y N,N'-tetraetanoletilendiamina.

5. 10. Procedimiento para impedir la formación de in crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que dicha hidroxiamina es una amina grasa oxietilada y ten soactiva.

10. 11. Procedimiento para impedir la formación de in crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que dicho fosfato éster es un fosfato éster mezclado o mez cla de ésteres de: (a) una hidroxiamina que contiene menos de 8 átomos de carbono en los grupos de hidrocarburo asociados al nitrógeno de la amina, y (b) hidrocarburos hidroxilados que contienen al menos seis átomos de carbono en un grupo hidrocarburo.

15. 12. Procedimiento para impedir la formación de in crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas, según la reivindicación 11, caracterizado por el hecho de que (A) es un residuo estable de trietanolamina.

20. 13. Procedimiento para impedir la formación de in crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas, según la reivindicación 11, caracterizado por el hecho de que (B) es un alquilfenol oxietilado que contiene 4-12 átomos de carbono en un grupo alquilo, derivado por oxietilación con aproximadamente 2-20 moles de óxido de etileno por mol de dicho alquilfenol.

25. 14. Procedimiento para impedir la formación de in

7 SEP



crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas, según la reivindicación 11, caracterizada por el hecho de que (B) es alcohol tridecílico oxietilado.

5. 15. Procedimiento para impedir la formación de in crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas, según la reivindicación 11, caracterizado por el hecho de que (B) es una mezcla oxietilada de alcoholes primarios que contienen al menos 6 átomos de carbono.

10. 16. Procedimiento para impedir la formación de in crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas, según la reivindicación 11, caracterizado por el hecho de que (A) es tetrahidroxi-etilendiamina.

15. 17. Procedimiento para impedir la formación de in crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas, según alguna de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que dicho fosfato-éster es adicionado a agua usada para enfriamiento.

20. 18. Procedimiento para impedir la formación de in crustaciones o corrosión sobre superficies metálicas, según algunas de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que dicho fosfato-éster es adicionado al agua de alimentación de calderas.

25. 19. Procedimiento para impedir la formación de in crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas, según alguna de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que dicho fosfato-éster es adicionado a aguas efluentes y de desagüe.

20. Procedimiento para impedir la formación de in



- crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas, según alguna de las precedentes reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que dicho fosfato-éster es adicionado a agua usada en sistemas de inundación para pozos petrolíferos.
- 5.
21. Procedimiento para impedir la formación de in crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas, según alguna de las precedentes reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que dicho fosfato-éster es utilizado en cantidades mínimas.
- 10.
22. Procedimiento para impedir la formación de in crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas, según alguna de las precedentes reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que dicho fosfato-éster es adicionado a agua calentada por combustión sumergida.
- 15.
23. Procedimiento para impedir la formación de in crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas, según la reivindicación 11, caracterizado por el hecho de que dicho fosfato-éster mezclado o mezcla de ésteres es inyectado en un pozo y desplazado en formaciones subterráneas en donde el fosfato-éster mezclado o mezcla de ésteres es adsorbido sobre las superficies de la formación, para ser devuelto poco a poco al agua o salmuera producida, a lo largo de un período de tiempo que determina una prolongada protección contra los depósitos de incrustaciones sobre las superficies de la formación y de los equipos de extracción.
- 20.
- 25.
24. Procedimiento para impedir la formación de in



5. crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas, según la reivindicación 11, caracterizado por el hecho de que dichos ésteres comprenden, como uno de los grupos de esterificación, amina oxietilada que contiene menos de ocho átomos de carbono en cada grupo hidrocarburo, y como el otro grupo de esterificación, el nonilfenol oxietilado.

25. Procedimiento para impedir la formación de in crustaciones o de corrosión sobre superficies metálicas.

La presente memoria descriptiva consta de cincuenta y ocho hojas foliadas escritas a máquina por una sola cara.

Barcelona, 7 de septiembre de 1.968

NALCO CHEMICAL COMPANY

P.A. L. PONTI